

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-081390

(43)Date of publication of application : 27.03.2001

(51)Int.Cl.

C09D 17/00
C08J 3/03
C08J 3/075
C08J 3/20
C08L 33/00
C09D 5/00
C09D 11/00
C09D133/00

(21)Application number : 11-264731

(71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 20.09.1999

(72)Inventor : SUZUKI YOSHIKO
CHIYOUSOKABE HIROSHI
UNO MINORU
ITABASHI MASASHI

(54) AQUEOUS PIGMENT DISPERSION, ITS PRODUCTION AND ITS USE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aqueous pigment dispersion capable of providing an aqueous coating composition having the same fluidity, storage stability, luster of coating film, clarity, tinting strength, etc., as those of oily coating material and an oily ink and to provide a method for producing the aqueous pigment dispersion.

SOLUTION: This aqueous pigment dispersion is obtained by a process (1) for kneading (A) a pigment with (B) a resin which is prepared by copolymerizing an ethylenically unsaturated monomer composition composed of (a) an ethylenically unsaturated monomer containing at least one carboxy group in the molecule and (b) an ethylenically unsaturated monomer containing at least one hydroxy group in the molecule and has $\geq 0^{\circ}$ C Tg by rolls to give a solid chip and a process (2) for dispersing the solid chip into an aqueous medium.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (A) A pigment, And by making the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in (B) and (a) intramolecular copolymerize the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group The watercolor pigment dispersing element characterized by being obtained according to the process (1) which kneads the resin beyond Tg0 degree C obtained with a roll, and is considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip to an aqueous medium.

[Claim 2] The watercolor pigment dispersing element according to claim 1 to which a process (1) is characterized by being carried out to the bottom of existence of (C) water and/or a water miscibility organic solvent.

[Claim 3] The watercolor pigment dispersing element according to claim 1 or 2 characterized by pass the process (3) which distributes further the dispersing element obtained at the process (2) by the media mold disperser.

[Claim 4] claims 1-3 to which a process (1) or (2) are characterized by being carried out to the bottom of existence of a basic organic-coloring-matter derivative -- either -- the watercolor pigment dispersing element of a publication.

[Claim 5] claims 1-4 to which a process (2) is characterized by being carried out to the bottom of existence of an alkali compound -- either -- the watercolor pigment dispersing element of a publication.

[Claim 6] (A) A pigment, (B) by making the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in (a) intramolecular copolymerize the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group The manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element characterized by including the process (1) which kneads the resin beyond Tg0 degree C obtained with a roll, and is considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip subsequently to an aqueous medium.

[Claim 7] a claim -- the aqueous coat nature constituent characterized by containing the watercolor pigment dispersing element of a publication one to 5 either.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the watercolor pigment dispersing element excellent in distributed stability and its manufacture approach, and the aqueous coat nature constituent using this pigment dispersing element further.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, aqueous-ization of a coating and ink is advancing by rise of the needs for the improvement in stability of resource protection, environmental protection, and an activity etc.

[0003] The quality required of a water paint and water color ink is the same fluidity as an oil paint and oil based ink, storage stability, the gloss of a coat, clear nature, tinting strength, etc.

[0004] However, since most pigments are remarkably inferior in fitness, such as pigment dispersibility over an aqueous vehicle, compared with an oily case, satisfactory quality is not acquired by the usual distributed approach. Then, conventionally, although the activity of various kinds of additives, for example, the pigment-content powder resin for aqueous and a surfactant, has been considered, what is equal to the oil paint or oil based ink which satisfies the fitness of all above and has the existing high quality is not obtained.

[0005] The grace it is satisfied with especially the field as which detailed-ization of a pigment like an ink jet or the coating for automobiles is required of grace enough is not acquired.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It is offering the water paint which improves the aforementioned various faults and has the same fluidity as an oil paint or oil based ink, storage stability, the gloss of a coat, clear nature, tinting strength, etc., or an aqueous coat constituent like water color ink. Furthermore, it is offer ***** about the watercolor pigment dispersing element which can offer this aqueous coat constituent, and its manufacture approach.

[0007]

[Means for Solving the Problem] The 1st invention Namely, the (A) pigment, And by making the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in (B) and (a) intramolecular copolymerize the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group It is the watercolor pigment dispersing element characterized by being obtained according to the process (1) which kneads the resin beyond Tg0 degree C obtained with a roll, and is considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip to an aqueous medium.

[0008] The 2nd invention is a watercolor pigment dispersing element given in the 1st invention characterized by performing a process (1) to the bottom of existence of (C) water and/or a water miscibility organic solvent.

[0009] The 3rd invention is the watercolor pigment dispersing element given in the 1st or 2nd invention pass the process (3) which distributes further the dispersing element obtained at the process (2) by the media mold disperser.

[0010] the 1- to which 4th invention is characterized by performing a process (1) or (2) to the bottom of existence of a basic organic-coloring-matter derivative -- it is the watercolor pigment dispersing element of a publication either the 3rd ****.

[0011] the 1- to which 5th invention is characterized by performing a process (2) to the bottom of existence of an alkali compound -- it is the watercolor pigment dispersing element of a publication either the 4th ****.

[0012] The 6th invention The (A) pigment, And by making the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in (B) and (a) intramolecular copolymerize the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group It is the watercolor pigment dispersing element characterized by including the process (1) which kneads the resin beyond Tg0 degree C obtained with a roll, and is considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip subsequently to an aqueous medium.

[0013] the 7th invention -- the 1- it is the aqueous coat nature constituent characterized by containing the

watercolor pigment dispersing element of a publication either the 5th ****.

[0014]

[Embodiment of the Invention] This invention is explained to a detail below.

[0015] As a (A) pigment used by this invention, for example Fusibility and insoluble azo pigment, Azo pigment, such as a disazo condensation pigment, phthalocyanine pigment, the Quinacridone system pigment, An isoindolinone system pigment, a perylene peri non system pigment, a dioxazine system pigment, An anthraquinone system pigment, a diketopyrrolopyrrole pigment, an ANSURA pyrimidine system pigment, There are inorganic pigments, such as organic pigments, such as an anthanthrone pigment, an indan SURON system pigment, a flavan SURON system pigment, and a thioindigo system pigment, carbon black, titanium oxide, the chrome yellow, cadmium yellow, cadmium red, rouge, iron black, a zinc white, Berlin blue, and ultramarine blue.

[0016] (B) resin used by this invention is obtained by making the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in (a) intramolecular copolymerize the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group.

[0017] (a) Especially the ethylenic unsaturated monomer that has at least one carboxylic-acid radical in intramolecular is not limited, and an acrylic acid, a methacrylic acid, 2-carboxy ethyl acrylate, phthalic-acid mono-hydroxyethyl acrylate, omega-carboxy-polycaprolactone monoacrylate, a maleic acid, an itaconic acid, a fumaric acid, glutaconic acid, tetrahydrophthalic acids, those mixture, etc. are mentioned.

[0018] (a) The ethylenic unsaturated monomer which has at least one carboxylic-acid radical in intramolecular has 1 - 50 desirable % of the weight among an ethylenic unsaturated monomer. At 1 or less % of the weight, pigment-content powder is fully hard to be performed, and thickening of a pigment dispersing element etc. is easy to happen and is not desirable at 50 % of the weight or more.

[0019] (b) The ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group in intramolecular It is not what is limited especially. For example, 2-hydroxyethyl (meta) acrylate, 3-hydroxypropyl (meta) acrylate, 2-hydroxypropyl (meta) acrylate, 4-hydroxy butyl (meta) acrylate, 3-hydroxy butyl (meta) acrylate, 2-hydroxy butyl (meta) acrylate, glycerol (meta) acrylate, Polyethylene-glycol monochrome (meta) acrylate (n=2-50), poly caprolactone denaturation hydroxyethyl (meta) acrylate (n=1-6), epoxy (meta) acrylate, hydroxyl-group end urethane (meta) acrylate, its mixture, etc. are mentioned.

[0020] (b) The ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group in intramolecular has 1 - 50 desirable % of the weight among an ethylenic unsaturated monomer. At 1 or less % of the weight, pigment-content powder is fully hard to be performed, and thickening of a pigment dispersing element etc. is easy to happen and is not desirable at 50 % of the weight or more.

[0021] Furthermore, the ethylenic unsaturated monomer constituent containing the ethylenic unsaturated monomer which has at least one hydroxyl group in the ethylenic unsaturated monomer and (b) intramolecular which have at least one carboxylic-acid radical in the above-mentioned (a) intramolecular can also contain other ethylenic unsaturated monomers if needed. It is not limited especially as other ethylenic unsaturated monomers, and styrene, vinyltoluene, acrylic-acid (meta) alkyl ester, acrylonitrile (meta), vinyl acetate, vinyl alkyl ether, etc. are mentioned as an example.

[0022] The polymerization of the above-mentioned ethylenic unsaturated monomer is performed over 2 - 10 hours under existence of an initiator and an inert gas air current at 50-150 degrees C. It does not interfere, even if it carries out under existence of a solvent if needed.

[0023] As an initiator, azo compounds, such as organic peroxide [, such as benzoyl peroxide, cumene hydroperoxide, t-butyl hydroperoxide diisopropyl peroxy carbonate, di-t-butyl peroxide, and t-butyl peroxybenzoate], 2, and 2'-azobisisobutyronitril, etc. are mentioned. The 1-20 weight section activity of the initiator is preferably carried out to the ethylenic unsaturated monomer 100 weight section.

[0024] Moreover, 0 degree C or more of 0-60 degree C of Tg(s) of the above-mentioned resin are 15-40 degrees C more preferably. If it is 0 degree C or less, a uniform sheet cannot be obtained at the time of roll kneading distribution, it is inferior to workability and what has good quality cannot be obtained.

[0025] In this invention, (B) resin has the desirable 5 - 100 weight section to the (A) pigment 100 weight section, and the loadings of the (A) pigment in a process (1) and (B) resin have especially desirable 10 - 40 weight section. The effectiveness to have used even if the effectiveness of distributing a pigment was small, and it was not desirable since workability was also bad and the loadings of resin increased more than the above-mentioned numeric value, when there were few loadings of resin than the above-mentioned numeric value is not acquired.

[0026] It is desirable to add (C) water and/or a water miscibility organic solvent in a process (1) in this invention. As a water miscibility organic solvent, alcohols solvents, such as ethyl alcohol, isopropyl alcohol, and n-PIROPURU alcohol, monochrome or the dialkyl ether of ethylene glycol or a diethylene glycol, etc. is mentioned.

[0027] Furthermore, as for (C) water and/or the water miscibility organic solvent which were added at the process (1), remaining in a solid chip is desirable, and the nonvolatile matter of a solid chip has 80 - 98 desirable % of the weight in this case. While paint film quality is inferior since the shearing force at the time of roll

kneading is inadequate when the nonvolatile matter of a solid chip is smaller than 80 % of the weight, they are a lifting and a cone about problems, such as fixing, at the time of solid chip preservation. Moreover, when the nonvolatile matter of a solid chip is larger than 98%, in a process (2), the dispersibility to the aqueous medium of a solid chip is inferior, and a non-distributed big and rough particle tends to cause deterioration of paint film quality.

[0028] 2 rolls and 3 rolls are raised as a roll in this invention. Preferably, 2 rolls with large shearing force are used.

[0029] as the aqueous medium used at the process (2) in this invention -- water -- although it is good, distribution becomes easy and is desirable when little addition of an alkali compound or the water miscibility organic solvent is carried out. As an alkali compound, the inorganic base nature matter represented by various organic amine compounds, such as monomethylamine, dimethylamine, a trimethylamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, 2-aminoethanol, 2-dimethylamino ethanol, and 2-diethylamino ethanol, ammonia, the sodium hydroxide, etc. and the other 4th class ammonium compounds of various kinds of can be used, for example. Especially, an organic amine compound is desirable from the point of workability and versatility. The addition of an alkali compound has desirable 0.1 – 5 weight section to the (A) pigment 100 weight section.

[0030] What was mentioned above as a water miscibility organic solvent can be used. The addition of a water miscibility organic solvent has desirable 5 – 30 weight section to the (A) pigment 100 weight section.

[0031] Moreover, it is desirable to add aqueous resin in a process (2). Tg of the aqueous resin added is not specified at all, and can be chosen from the well-known things used for aqueous coat constituents, such as water color ink and a water paint. As an example, moisture powder resin or water soluble resin, such as an acrylic copolymer, a styrene-acrylic-acid system copolymer, a styrene-maleic-acid system copolymer, an alkyd system, an epoxy system, a polyester system, an urethane system, and a cellulose type, is mentioned. The loadings of the aqueous resin in a process (2) have the desirable 5 – 200 weight section to the (A) pigment 100 weight section as loadings to a pigment.

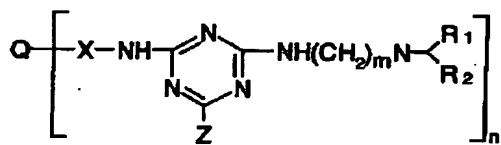
[0032] It is desirable to throw in a solid chip in an aqueous medium as the distributed approach in a process (2) in this invention, and to carry out fixed time amount stirring using dispersers, such as a dissolver, a high speed mixer, and a homogenizer. At this time, it is desirable to apply the temperature of 30 degrees C – 80 degrees C if needed.

[0033] In order to raise the dispersibility of a pigment by the process (1) or (2) in this invention, it is desirable to add an organic-coloring-matter derivative. As an organic-coloring-matter derivative, there is a compound shown by the following general formula 1 or the following general formula 2.

General formula 1 [0034]

[Formula 1]

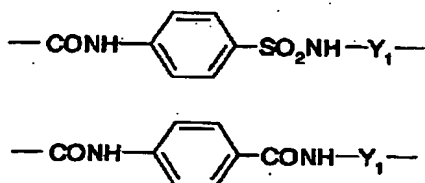
[化 1]



Organic-coloring-matter residue and X among [type Q Direct coupling, -COOH-Y1, or -SO2 NH-Y1- (Y1 expresses the arylene radical which may have the alkylene group which may have a substituent, or a substituent), Z is a hydroxyl group or -NH-(CH2) m NR one R2 (the alkyl group and m in which R1 and R2 may have a substituent independently, respectively express the integer of 1-6.). n expresses the integer of 1-4.] General formula 2 Q-[X-Y]n [For the inside of a formula, and Q, organic-coloring-matter residue and X are direct coupling, -CONH-Y1-, -SO2 NH-Y1-, and -CH2 NHCOCH2 NH-Y1- [0035].

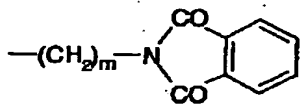
[Formula 2]

[化 2]



(Y1 expresses the same semantics as the above.) Y is -(CH2) m NR one R2. Or [0036]

[Formula 3]



(R1, R2, and m express the same semantics as the above.) n expresses the same semantics as the above.]

As organic-coloring-matter residue in the above-mentioned general formula, they are residue, such as phthalocyanine system coloring matter, azo system coloring matter, anthraquinone system coloring matter, Quinacridone system coloring matter, dioxazine system coloring matter, anthra pyrimidine system coloring matter, anthanthrone system coloring matter, indan SURON system coloring matter, flavan SURON system coloring matter, perylene peri non system coloring matter, thioindigo system coloring matter, isoindolinone system coloring matter, and diketo pyrrolo pyrrole system coloring matter.

[0037] Inside of the above-mentioned organic-coloring-matter derivative - The basic organic-coloring-matter derivative which has one R2 NR(s) is desirable.

[0038] The combination to the pigment of the above-mentioned organic-coloring-matter derivative has desirable 0.5 - 10 weight section to the (A) pigment 100 weight section. Effectiveness is not small desirable if fewer than the 0.5 weight section. Moreover, the effectiveness to have used even if used more mostly than 10 weight sections is not acquired, and it may have an adverse effect on the paint film engine performance.

[0039] Especially as a media mold disperser in the process (3) in this invention, although not limited, it is desirable to use bead mills, such as a sand mill, attritor, and a DCP mill. Moreover, as media, a glass bead, zirconia beads, an alumina bead, etc. can be used.

[0040] In the process (3) of this invention, aquosity resin can be added if needed. It is desirable to add the 10 - 1000 weight section by solid content conversion to the (A) pigment 100 weight section out of the well-known thing used for the water color ink mentioned above as aquosity resin and a water paint. The 10 - 200 weight section of resin is [as opposed to / when using it as a concentration dispersing element especially / the (A) pigment 100 weight section] desirable at solid content conversion, and when using it as a coating or printing ink, the 100 - 1000 weight section of resin is desirable at solid content conversion to the (A) pigment 100 weight section. (A) To the pigment 100 weight section, if there is less resin than 10 weight sections; it will be hard coming to distribute a pigment, and if [than the 1000 weight sections] more, since coloring is low, it may not be suitable for the activity as a coating or printing ink.

[0041] When using the watercolor pigment dispersing element of this invention as a coating or printing ink, curing agent resin, such as melamine resin, a curing catalyst, a surfactant, etc. may be added. Moreover, an additive with conventionally well-known antiseptics, an adhesion control agent, etc. may be added if needed.

[0042]

[Example] Hereafter, this invention is explained based on an example. The "weight section" and "% of the weight" are expressed the "section" and "%" among an example, respectively.

[0043] The regulator for temperature control, a cooling pipe, and churning equipment were attached in the example of manufacture 1 separable flask of four lots, the butyl carbitol 65.7 section was taught, and after carrying out temperature up to about 95 degrees C and carrying out the nitrogen purge of the inside of a reaction container, the acrylic-acid 20 section, styrene 20 section, ethyl acrylate 30 section, butyl acrylate 10 section, 2-hydroxyethyl methacrylate 20 section, 2, and 2'-azobisisobutyronitril 1 section was dropped over 2 hours from dropping tubing. The reaction was continued after dropping termination for further 3 hours, and resin of Tg40 degree C was obtained. It added after cooling, fully agitating the dimethylamino ethanol 19.8 section and the water 63.5 section, and the aquosity resin solution (B1) of 40% of solid content was obtained.

[0044] The regulator for temperature control, a cooling pipe, and churning equipment were attached in the example of manufacture 2 separable flask of four lots, the butyl carbitol 65.7 section was taught, and after carrying out temperature up to about 90 degrees C and carrying out the nitrogen purge of the inside of a reaction container, the methacrylic-acid 30 section, ethyl acrylate 25 section, butyl acrylate 30 section, butyl methacrylate 10 section, 4-hydroxy butyl acrylate 5 section, 2, and 2'-azobisisobutyronitril 1 section was dropped over 2 hours from dropping tubing. The reaction was continued after dropping termination for further 3 hours, and resin of Tg29 degree C was obtained. It added after cooling, fully agitating the dimethylamino ethanol 24.8 section and the water 58.5 section, and the aquosity resin solution (B-2) of 40% of solid content was obtained.

[0045] The regulator for temperature control, a cooling pipe, and churning equipment were attached in the example of manufacture 3 separable flask of four lots, the butyl carbitol 65.7 section was taught, and after carrying out temperature up to about 90 degrees C and carrying out the nitrogen purge of the inside of a reaction container, the acrylic-acid 5 section, styrene 10 section, methyl methacrylate 5 section, ethyl acrylate

15 section, butyl acrylate 35 section, 2-hydroxyethyl methacrylate 30 section, 2, and 2'-azobisisobutyronitril 1 section was dropped over 2 hours from dropping tubing. The reaction was continued after dropping termination for further 3 hours, and resin of Tg16 degree C was obtained. It added after cooling, fully agitating the dimethylamino ethanol 4.9 section and the water 78.4 section, and the aquosity resin solution (B3) of 40% of solid content was obtained.

[0046] The regulator for temperature control, a cooling pipe, and churning equipment were attached in the example of manufacture 4 separable flask of four lots, the butyl carbitol 65.7 section was taught, and after carrying out temperature up to about 90 degrees C and carrying out the nitrogen purge of the inside of a reaction container, the acrylic-acid 10 section, ethyl acrylate 30 section, butyl acrylate 50 section, 2-hydroxyethyl methacrylate 10 section, 2, and 2'-azobisisobutyronitril 1 section was dropped over 2 hours from dropping tubing. The reaction was continued after dropping termination for further 3 hours, and resin of Tg-18 degree C was obtained. It added after cooling, fully agitating the dimethylamino ethanol 9.9 section and the water 73.4 section, and the aquosity resin solution (B4) of 40% of solid content was obtained.

[0047] The regulator for temperature control, a cooling pipe, and churning equipment were attached in the example of manufacture 5 separable flask of four lots, the butyl carbitol 65.7 section was taught, and after carrying out temperature up to about 90 degrees C and carrying out the nitrogen purge of the inside of a reaction container, the acrylic-acid 20 section, ethyl acrylate 30 section, butyl acrylate 10 section, styrene 40 section, 2, and 2'-azobisisobutyronitril 1 section was dropped over 2 hours from dropping tubing. The reaction was continued after dropping termination for further 3 hours, and resin of Tg41 degree C was obtained. It added after cooling, fully agitating the dimethylamino ethanol 19.8 section and the water 63.5 section, and the aquosity resin solution (B5) of 40% of solid content was obtained.

[0048] Example 1 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained.

[0049]

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B1) The 6.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol 0.2 section processes (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0050]

Solid chip The 14.1 sections Dimethylamino ethanol The 0.3 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0051] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0052]

A re-distribution object The 41.4 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 7.4 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0053] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0054] Example 2 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained.

[0055]

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) The 9.5 sections Organic-coloring-matter derivative a* The 0.5 sections Aquosity resin solution (B1) The 6.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol 0.2 section * organic-coloring-matter derivative a CuPc-SO₂ NH(CH₂)₃ N₂ (C two H₅) CuPc; copper-phthalocyanine residue process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0056]

Solid chip The 14.1 sections Dimethylamino ethanol The 0.3 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0057] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0058]

A re-distribution object The 41.4 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 7.4 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0059] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0060] The example of comparison 1 following mixture was distributed using the sand mill.

[0061]

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B1) The 6.0 sections Ion exchange water The water paint was created by the following presentation after 25.4 partial powder.

[0062]

A distributed object The 41.4 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 7.4 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0063] Example of comparison 2 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained.

[0064]

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B4) The 6.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol 0.2 section processes (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0065]

Solid chip The 14.1 sections Dimethylamino ethanol The 0.3 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0066] The water paint was created by the following presentation after distribution.

[0067]

A re-distribution object The 41.4 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 7.4 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0068] Example of comparison 3 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained.

[0069]

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B5) The 6.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol 0.2 section processes (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0070]

Solid chip The 14.1 sections Dimethylamino ethanol The 0.3 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0071] The water paint was created by the following presentation after distribution.

[0072]

Re-distribution object The 41.4 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 7.4 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0073] Example 3 process (1)

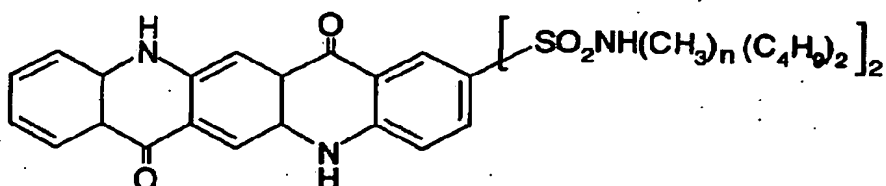
The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 86% of solid content was obtained.

[0074]

Pigment (C. I. Pigment Violet 19) The 9.7 sections Organic-coloring-matter compound b* The 0.3 sections Aquosity resin solution (B1) The 8.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol 0.2 section * organic-coloring-matter compound b [0075]

[Formula 4]

【化 4】



Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0076]

Solid chip The 15.3 sections Dimethylamino ethanol The 0.3 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0077] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0078]

A re-distribution object The 42.6 sections Aquosity resin solution (B-2) The 62.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 8.2 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0079] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0080] The example of comparison 4 following mixture was distributed using the sand mill.

[0081]

Pigment (C. I. Pigment Violet 19) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B1) The 8.0 sections Ion exchange water The water paint was created by the following presentation after 24.6 partial powder.

[0082]

A distributed object The 42.6 sections Aquosity resin solution (B-2) The 62.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 8.2 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0083] Example 4 process (1)

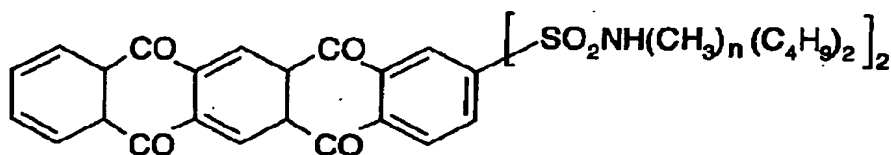
The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 85% of solid content was obtained.

[0084]

A pigment (C. I. Pigment Red 254) The 9.5 sections Organic-coloring-matter compound b* The 0.5 sections Aquosity resin solution (B1) The 10.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol The 0.2 sections * organic-coloring-matter compound b [0085]

[Formula 5]

【化 5】



Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip The 16.5 sections Dimethylamino ethanol The 0.4 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 25.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0086] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0087]

A re-distribution object The 43.9 sections Aquosity resin solution (B-2) The 60.0 sections Cymel 303 The 12.2 sections Ion exchange water Drawdown of the 8.9 ***** water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0088] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0089] The example of comparison 5 following mixture was distributed using the sand mill.

[0090]

Pigment (C. I. Pigment Red 254) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B1) The 10.0 sections Ion exchange water The water paint was created by the following presentation after 23.9 partial powder.

[0091]

A distributed object The 43.9 sections Aquosity resin solution (B-2) The 60.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 8.9 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0092] Example 5 process (1)

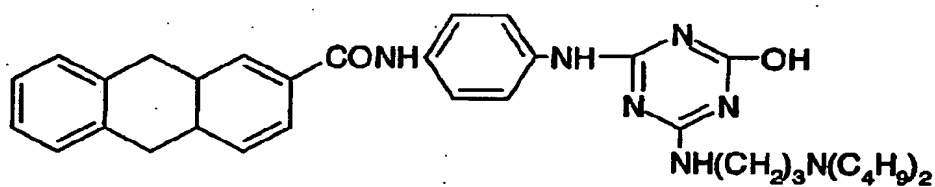
The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 91% of solid content was obtained.

[0093]

A pigment (C. I. Pigment Red 177) The 9.9 sections Organic-coloring-matter compound c* The 0.1 sections Aquosity resin solution (B-2) The 7.5 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol The 0.2 sections * organic-coloring-matter compound c [0094]

[Formula 6]

[化 6]



Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0095]

Solid chip The 14.3 sections Dimethylamino ethanol The 0.2 sections Butyl carbitol The 2.2 sections Ion exchange water 30.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0096] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0097]

A re-distribution object The 46.7 sections Aquosity resin solution (B-2) The 62.5 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 3.6 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0098] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0099] The example of comparison 6 following mixture was distributed using the sand mill.

[0100]

Pigment (C. I. Pigment Red 177) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B-2) The 7.5 sections Ion exchange water The water paint was created by the following presentation after 29.2 partial powder.

[0101]

A distributed object The 46.7 sections Aquosity resin solution (B-2) The 62.5 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 3.6 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0102] Example 6 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 93% of solid content was obtained.

[0103]

A pigment (C. I. Pigment Green 36) The 9.7 sections Organic-coloring-matter compound a* The 0.3 sections Aquosity resin solution (B3) The 6.0 sections Ion exchange water The 0.2 sections Butyl carbitol The 0.2 sections * organic-coloring-matter compound a CuPc-SO₂NH(CH₂)₃ N₂ (C two H₅) CuPc; copper-phthalocyanine residue process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

[0104]

Solid chip The 13.3 sections Dimethylamino ethanol The 0.2 sections Butyl carbitol The 2.0 sections Ion exchange water 30.0 section processes (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill.

[0105] The water paint was created by the following presentation after re-distribution.

[0106]

A re-distribution object The 45.5 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 3.3 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0107] As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0108] The example of comparison 7 following mixture was distributed using the sand mill.

[0109]

Pigment (C. I. Pigment Green 36) The 10.0 sections Aquosity resin solution (B3) The 6.0 sections Ion exchange water The water paint was created by the following presentation after 29.5 partial powder.

[0110]

A distributed object The 45.5 sections Aquosity resin solution (B-2) The 64.0 sections Cymel 303* The 12.2 sections Ion exchange water The 3.3 sections * Cymel 303 (methylation melamine resin made from Mitsui SAITEKKU, 98% of solid content)

Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0111]

[A table 1]

| 例 | 顔 料 | 2ロール 処理 | 2ロール 処理時の 樹脂Tg (℃) | 化合物 記号 | 分散粒度 D50 (μm) | 光沢 20° グロス (%) |
|-------|---|------------|-----------------------------|-----------|---------------------|-------------------------|
| 比較例 1 | C. I. Pigment Blue 15:1 (フタロシアニン顔料) | なし | — | — | 0.51 | 48.0 |
| 比較例 2 | | あり | —18 | — | 0.45 | 52.7 |
| 比較例 3 | | あり | 41 | — | 0.44 | 55.1 |
| 実施例 1 | | あり | 40 | — | 0.36 | 67.5 |
| 実施例 2 | | あり | 40 | a | 0.33 | 73.2 |
| 比較例 4 | C. I. Pigment Violet 19 (キナクリドン顔料) | なし | — | — | 0.65 | 28.9 |
| 実施例 3 | | あり | 40 | b | 0.39 | 69.2 |
| 比較例 5 | C. I. Pigment Red 254 (ジケトピロロピロール顔料) | なし | — | — | 0.63 | 32.3 |
| 実施例 4 | | あり | 40 | b | 0.38 | 72.8 |
| 比較例 6 | C. I. Pigment Red 177 (アントラキノン顔料) | なし | — | — | 0.25 | 70.5 |
| 実施例 5 | | あり | 29 | c | 0.16 | 100.8 |
| 比較例 7 | C. I. Pigment Green 36 (フタロシアニン顔料) | なし | — | — | 0.50 | 40.8 |
| 実施例 6 | | あり | 16 | a | 0.22 | 79.5 |

分散粒度：日機装製マイクロトラックUPA-9340で測定
光沢：20° 変角光沢値

[0112]

[Effect of the Invention] By this invention, activity fitness, such as non-collectivity and a fluidity, and the clear

nature of the color tone of a spreading object, gloss, etc. were able to be remarkably raised in the drainage system pigment dispersing element used for aquosity coat nature constituents, such as ink and a coating.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-81390

(P2001-81390A)

(43)公開日 平成13年3月27日(2001.3.27)

| (51)Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マコ-ト*(参考) |
|-------------------------------------|-------|---------------|-------------------|
| C 0 9 D 17/00 | | C 0 9 D 17/00 | 4 F 0 7 0 |
| C 0 8 J 3/03 | C E Y | C 0 8 J 3/20 | C E Y C 4 J 0 0 2 |
| 3/075 | C E Y | C 0 8 L 33/00 | 4 J 0 3 7 |
| 3/20 | C E Y | C 0 9 D 5/00 | A 4 J 0 3 8 |
| C 0 8 L 33/00 | | 11/00 | 4 J 0 3 9 |
| 審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 13 頁) 最終頁に続く | | | |

(21)出願番号 特願平11-264731

(22)出願日 平成11年9月20日(1999.9.20)

(71)出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72)発明者 鈴木 美子

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(72)発明者 長曾我部 浩

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(72)発明者 宇野 稔

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水性顔料分散体、その製造方法およびその利用

(57)【要約】

【課題】油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性被覆性組成物、さらに該組成物を提供し得る水性顔料分散体およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】(A)顔料、(B)(a)分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b)分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体、およびその製造方法、さらに該水性顔料分散体を用いた水性被覆性組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(A) 顔料、および(B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項2】工程(1)が、(C) 水及び／または水混和性有機溶剤の存在下に行われることを特徴とする請求項1記載の水性顔料分散体。

【請求項3】工程(2)で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程(3)を経て得られることを特徴とする請求項1または2記載の水性顔料分散体。

【請求項4】工程(1)又は(2)が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われることを特徴とする請求項1～3いずれか記載の水性顔料分散体。

【請求項5】工程(2)が、アルカリ化合物の存在下に行われることを特徴とする請求項1～4いずれか記載の水性顔料分散体。

【請求項6】(A) 顔料、(B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)を含むことを特徴とする水性顔料分散体の製造方法。

【請求項7】請求項1～5いずれか記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性被覆性組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、分散安定性に優れた水性顔料分散体、およびその製造方法、さらに該顔料分散体を用いた水性被覆性組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、資源保護、環境保全、作業の安定性向上等へのニーズの高まりによって、塗料ならびにインキの水性化が進行しつつある。

【0003】水性塗料ならびに水性インキに要求される品質は、油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等である。

【0004】しかしながら、大部分の顔料は油性の場合に比べ水性ビヒクルに対する顔料分散性等の適性が著しく劣るため、通常の分散方法では満足な品質は得られない。そこで従来、各種の添加剤、例えば水性用顔料分散

樹脂や界面活性剤の使用が検討されてきたが、上記すべての適性を満足し既存の高品質を有する油性塗料または油性インキに匹敵するようなものは得られていない。

【0005】特に、インクジェットや自動車用塗料のような顔料の微細化が要求される分野では、十分満足される品位が得られていない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】前記の種々の欠点を改良し、油性塗料または油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性塗料または水性インキのような水性被覆組成物を提供することである。さらに、該水性被覆組成物を提供し得る水性顔料分散体、およびその製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】すなわち、第1の発明は、(A) 顔料、および(B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体である。

【0008】第2の発明は、工程(1)が、(C) 水及び／または水混和性有機溶剤の存在下に行われることを特徴とする第1発明記載の水性顔料分散体である。

【0009】第3の発明は、工程(2)で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程(3)を経て得られる第1または第2発明記載の水性顔料分散体である。

【0010】第4の発明は、工程(1)又は(2)が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われることを特徴とする第1～第3発明いずれか記載の水性顔料分散体である。

【0011】第5の発明は、工程(2)が、アルカリ化合物の存在下に行われることを特徴とする第1～第4発明いずれか記載の水性顔料分散体である。

【0012】第6の発明は、(A) 顔料、および(B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)を含むことを特徴とする水性顔料分散体である。

【0013】第7の発明は、第1～第5発明いずれか記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性被

稈性組成物である。

【0014】

【発明の実施の形態】以下本発明について詳細に説明する。

【0015】本発明で使用する(A)顔料としては、例えば、可溶性および不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料等のアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、ペリレン・ペリノン系顔料、ジオキサジン系顔料、アントラキノン系顔料、ジケトピロピロール系顔料、アンスラピリミジン系顔料、アンサンスロン系顔料、インダンスロン系顔料、フラバンスロン系顔料、チオインジゴ系顔料等の有機顔料、カーボンブラック、酸化チタン、黄鉛、カドミウムエロー、カドミウムレッド、弁柄、鉄黒、亜鉛華、紺青、群青等の無機顔料がある。

【0016】本発明で用いられる(B)樹脂は、(a)分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b)分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるものである。

【0017】(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体は、特に限定されるものではなく、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、2-カルボキシエチルアクリレート、フタル酸モノヒドロキシエチルアクリレート、 ω -カルボキシポリカプロラクトンモノアクリレート、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、グルタコン酸、テトラヒドロフタル酸、およびそれらの混合物等が挙げられる。

【0018】(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体は、エチレン性不飽和単量体中、1~50重量%が好ましい。1重量%以下では顔料分散が十分に行われ難く、50重量%以上では、顔料分散体の増粘等が起こり易く好ましくない。

【0019】(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体は、特に限定されるものではなく、例えば、例えば、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、グリセリン(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート(n=2~50)、ポリカプロラクトン変性ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート(n=1~6)、エポキシ(メタ)アクリレート、水酸基末端ウレタン(メタ)アクリレート、およびその混合物等が挙げられる。

【0020】(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体は、エチレン性不飽和

単量体中、1~50重量%が好ましい。1重量%以下では顔料分散が十分に行われ難く、50重量%以上では、顔料分散体の増粘等が起こり易く好ましくない。

【0021】さらに、上記(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体とを含有するエチレン性不飽和単量体組成物は必要に応じてその他のエチレン性不飽和単量体を含むこともできる。その他のエチレン性不飽和単量体としては特に限定されるものではなく、例として、スチレン、ビニルトルエン、(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリロニトリル、ビニルアセテート、ビニルアルキルエーテル等が挙げられる。

【0022】上記エチレン性不飽和単量体の重合は、開始剤の存在下、不活性ガス気流下、50~150℃で2~10時間かけて行われる。必要に応じて溶剤の存在下で行っても差し支えない。

【0023】開始剤としては、ベンゾイルパーオキサイド、クメンヒドロパーオキサイド、t-ブチルヒドロパーオキサイド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート、ジ-t-ブチルパーオキサイド、t-ブチルパーオキシベンゾエート等の有機過酸化物、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物等が挙げられる。開始剤はエチレン性不飽和単量体100重量部に対して好ましくは1~20重量部使用される。

【0024】また、上記樹脂のT_gは0℃以上、好ましくは0~60℃、より好ましくは15~40℃である。0℃以下だとロール混練分散時に均一なシートを得ることができず、作業性に劣り、品質良好なものを得ることができない。

【0025】本発明において、工程(1)における(A)顔料と(B)樹脂の配合量は、(A)顔料100重量部に対し(B)樹脂が5~100重量部が好ましく、特に10~40重量部が好ましい。上記数値より樹脂の配合量が少ないと顔料を分散させる効果が小さく、作業性も悪いので好ましくなく、又、上記数値より樹脂の配合量が多くなっても用いた分の効果が得られない。

【0026】本発明では、工程(1)において、(C)水及び/又は水混和性有機溶剤を添加することが好ましい。水混和性有機溶剤としては、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-プロピルアルコール等のアルコール系溶剤や、エチレングリコールまたはジエチレングリコールのモノまたはジアルキルエーテル等が挙げられる。

【0027】更に、工程(1)で添加した(C)水及び/又は水混和性有機溶剤は、固形チップ中に残留していることが好ましく、この場合、固形チップの不揮発分は80~98重量%が好ましい。固形チップの不揮発分が80重量%より小さいとロール混練時の剪断力が不十分なため、塗膜品質が劣るとともに、固形チップ保存時に

固着等の問題を起こしやすい。また固形チップの不揮発分が98%より大きい場合は、工程(2)において固形チップの水性媒体への分散性が劣り、未分散の粗大粒子が塗膜品質の低下を引き起こしやすい。

【0028】本発明におけるロールとしては、2本ロール、3本ロールがあげられる。好ましくは、剪断力が大きい2本ロールが用いられる。

【0029】本発明における工程(2)で使用される水性媒体としては、水のみでも良いが、アルカリ化合物や水混和性有機溶剤を少量添加すると分散が容易になり好ましい。アルカリ化合物としては、例えば、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、2-アミノエタノール、2-ジメチルアミノエタノール、2-ジエチルアミノエタノール等の各種有機アミン化合物、アンモニア、水酸化ナトリウム等に代表される無機塩基性物質、その他、各種の第4級アンモニウム化合物が使用できる。特に、有機アミン化合物が作業性、汎用性の点から好ましい。アルカリ化合物の添加量は、(A)顔料100重量部に対し、0.1~5重量部が好ましい。

【0030】水混和性有機溶剤としては上述したものが使用できる。水混和性有機溶剤の添加量は、(A)顔料100重量部に対して5~30重量部が好ましい。

【0031】又、工程(2)において水性樹脂を添加することが好ましい。添加される水性樹脂のTgは何ら規定されるものでなく、水性インキ、水性塗料等の水性被覆組成物に使用される公知のものの中から選ぶことができる。例として、アクリル系共重合体、スチレン-アクリル酸系共重合体、スチレン-マレイン酸系共重合体、アルキド系、エポキシ系、ポリエステル系、ウレタン系、セルロース系等の水分散樹脂または水溶性樹脂が挙げられる。工程(2)における水性樹脂の配合量は、顔料に対する配合量として、(A)顔料100重量部に対し5~200重量部が好ましい。

【0032】本発明において工程(2)における分散方法としては、水性媒体中に固形チップを投入し、ディゾルバー、ハイスピードミキサー、ホモジナイザー等の分散機を用いて一定時間攪拌することが好ましい。この時、必要に応じて30℃~80℃の温度をかけることが望ましい。

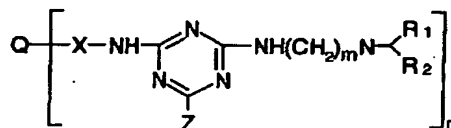
【0033】本発明において工程(1)または(2)では顔料の分散性を向上させるために、有機色素誘導体を添加することが好ましい。有機色素誘導体としては、下記一般式1または下記一般式2で示される化合物がある。

一般式1

【0034】

【化1】

【化1】



〔式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、-COOH-Y₁ または-SO₂NH-Y₁- (Y₁は置換基を有してもよいアルキレン基または置換基を有してもよいアリレン基を表す)、Zは水酸基または-NH-(CH₂)_a NR₁ R₂ (R₁、R₂はそれぞれ独立に置換基を有してもよいアルキル基、mは1~6の整数を表す。)、nは1~4の整数を表す。〕

一般式2

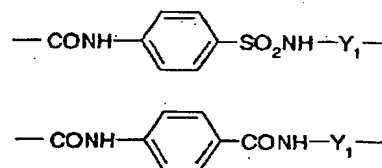
Q-[X-Y]_n

〔式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、-CONH-Y₁ -, -SO₂NH-Y₁ -, -CH₂NHCOC H₂NH-Y₁ -

【0035】

【化2】

【化2】

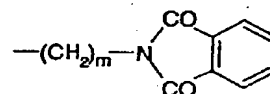


(Y₁は上記と同じ意味を表す。) Yは-(CH₂)_a NR₁ R₂ または

【0036】

【化3】

【化3】



(R₁、R₂、mは上記と同じ意味を表す。) nは上記と同じ意味を表す。〕

上記一般式中の有機色素残基としては、フタロシアニン系色素、アゾ系色素、アントラキノン系色素、キナクリドン系色素、ジオキサジン系色素、アントラピリミジン系色素、アンサンスロン系色素、インダンスロン系色素、フラバンスロン系色素、ペリレン・ペリノン系色素、チオインジゴ系色素、イソインドリノン系色素、ジケトピロピロール系色素等の残基である。

【0037】上記の有機色素誘導体のうち-NR₁ R₂基を有する塩基性有機色素誘導体が好ましい。

【0038】上記有機色素誘導体の顔料に対する配合

は、(A) 顔料100重量部に対し0.5~10重量部が好ましい。0.5重量部より少ないと効果が小さく好ましくない。また、10重量部より多く用いても用いた分の効果が得られなく塗膜性能に悪影響を及ぼす可能性がある。

【0039】本発明における工程(3)におけるメディア型分散機としては、特に限定されるものではないが、サンドミル、アトライター、DCPミル等のビーズミルを使用することが好ましい。またメディアとしては、ガラスビーズ、ジルコニアビーズ、アルミナビーズ等が使用できる。

【0040】本発明の工程(3)において水性樹脂を必要に応じて添加することができる。水性樹脂としては前述した水性インキ、水性塗料に使用される公知のものの中から、(A) 顔料100重量部に対して固形分換算で10~1000重量部を添加することが好ましい。特に、濃縮分散体として使用する場合、(A) 顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で10~200重量部が好ましく、塗料または印刷インキとして使用の場合は、(A) 顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で100~1000重量部が好ましい。(A) 顔料100重量部に対して樹脂が10重量部より少ないと顔料が分散しにくくなり、1000重量部より多いと着色が低いため塗料または印刷インキとしての使用に適さない場合がある。

【0041】本発明の水性顔料分散体を塗料または印刷インキとして使用する場合には、メラミン樹脂等の硬化剤樹脂や硬化触媒、界面活性剤等を添加しても良い。また必要に応じて防腐剤、粘着制御剤等の従来公知の添加剤を添加してもよい。

【0042】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明する。例中、「部」「%」は「重量部」および「重量%」をそれぞれ表す。

【0043】製造例1

セパラブル4口フラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約95℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸20部、スチレン20部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート10部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート20部、2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg40℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール19.8部、水63.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B1)を得た。

【0044】製造例2

セパラブル4口フラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素

置換した後、滴下管よりメタクリル酸30部、エチルアクリレート25部、ブチルアクリレート30部、ブチルメタクリレート10部、4-ヒドロキシブチルアクリレート5部、2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg29℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール24.8部、水58.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B2)を得た。

【0045】製造例3

セパラブル4口フラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸5部、スチレン10部、メチルメタクリレート5部、エチルアクリレート15部、ブチルアクリレート35部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート30部、2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg16℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール4.9部、水78.4部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B3)を得た。

【0046】製造例4

セパラブル4口フラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸10部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート50部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート10部、2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg-18℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール9.9部、水73.4部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B4)を得た。

【0047】製造例5

セパラブル4口フラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸20部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート10部、スチレン40部、2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg41℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール19.8部、水63.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B5)を得た。

【0048】実施例1

工程(1)

下記混合物を2本ロールで20回処理し、固形分88%の固形チップを得た。

【0049】

| | |
|------------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B1) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |

工程 (2)

で60分間分散した。

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

【0050】

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 14.1部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.3部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程 (3)

た。

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0052】

【0051】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|-------------|-------|
| 再分散物 | 41.4部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 7.4部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーターで
PETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付
けた。

【0053】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は
本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0054】実施例2

工程 (1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88
%の固形チップを得た。

【0055】

| | |
|------------------------------|------|
| 顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1) | 9.5部 |
| 有機色素誘導体 a * | 0.5部 |
| 水性樹脂溶液 (B1) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |

*有機色素誘導体 a



CuPc:銅フタロシアニン残基

工程 (2)

で60分間分散した。

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

【0056】

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 14.1部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.3部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程 (3)

た。

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0058】

【0057】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|-------------|-------|
| 再分散物 | 41.4部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 7.4部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーターで
PETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付

けた。

【0059】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

11

12

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0060】比較例1

| | |
|------------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B1) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 25.4部 |

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

| | |
|-------------|-------|
| 分散物 | 41.4部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 7.4部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0063】比較例2

| | |
|------------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B4) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 14.1部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.3部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0066】分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|-------------|-------|
| 再分散物 | 41.4部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 7.4部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0068】比較例3

| | |
|------------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B5) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 14.1部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.3部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程(3)

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0061】

【0062】

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%の固形チップを得た。

【0064】

で60分間分散した。

【0065】

た。

【0067】

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%の固形チップを得た。

【0069】

で60分間分散した。

【0070】

50 上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0071】分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

| | |
|--------------------------------------|-------|
| 再分散物 | 41.4部 |
| 水性樹脂溶液(B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 7.4部 |
| *サイメル303(三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%) | |

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーションでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

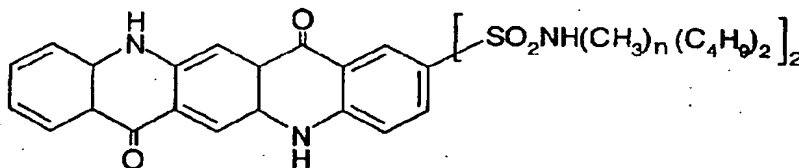
【0073】実施例3

| | |
|-----------------------------|------|
| 顔料(C. I. Pigment Violet 19) | 9.7部 |
| 有機色素化合物b* | 0.3部 |
| 水性樹脂溶液(B1) | 8.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |
| *有機色素化合物b | |

【0075】

【化4】

【化4】



工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

で60分間分散した。

【0076】

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 15.3部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.3部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

た。

【0078】

【0077】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|--------------------------------------|-------|
| 再分散物 | 42.6部 |
| 水性樹脂溶液(B2) | 62.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 8.2部 |
| *サイメル303(三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%) | |

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーションでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0079】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0080】比較例4

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0081】

| | |
|-----------------------------|-------|
| 顔料(C. I. Pigment Violet 19) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液(B1) | 8.0部 |
| イオン交換水 | 24.6部 |

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0082】

| | |
|---------------------------------------|-------|
| 分散物 | 42.6部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 62.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 8.2部 |
| *サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%) | |

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分85%の固形チップを得た。

【0083】実施例4

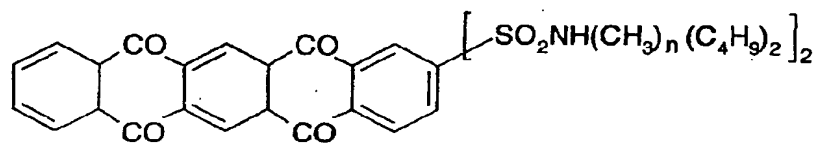
【0084】

| | |
|----------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Red 254) | 9.5部 |
| 有機色素化合物b* | 0.5部 |
| 水性樹脂溶液 (B1) | 10.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |
| *有機色素化合物b | |

【0085】

【化5】

【化5】



工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

で60分間分散した。

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 16.5部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.4部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 25.0部 |

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

た。

【0087】

【0086】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|-------------|-------|
| 再分散物 | 43.9部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 60.0部 |
| サイメル303 | 12.2部 |
| イオン交換水 | 8.9部 |

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

本発明によるもののほうが比較例よりも優れていた。

【0089】比較例5

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0088】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

【0090】

| | |
|----------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Red 254) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B1) | 10.0部 |
| イオン交換水 | 23.9部 |

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0091】

| | |
|-------------|-------|
| 分散物 | 43.9部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 60.0部 |

17

18

サイメル303*

12.2部

イオン交換水

8.9部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0092】実施例5

顔料 (C. I. Pigment Red 177)

9.9部

有機色素化合物c*

0.1部

水性樹脂溶液 (B2)

7.5部

イオン交換水

0.2部

ブチルカルビトール

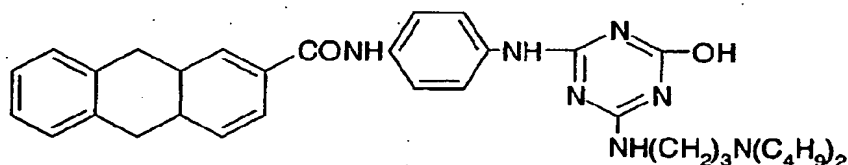
0.2部

*有機色素化合物c

【0094】

【化6】

【化6】



工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固形チップ

14.3部

ジメチルアミノエタノール

0.2部

ブチルカルビトール

2.2部

イオン交換水

30.0部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

で60分間分散した。

【0095】

再分散物

46.7部

水性樹脂溶液 (B2)

62.5部

サイメル303*

12.2部

イオン交換水

3.6部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0098】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0099】比較例6

40 下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0100】

顔料 (C. I. Pigment Red 177)

10.0部

水性樹脂溶液 (B2)

7.5部

イオン交換水

29.2部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0101】

分散物

46.7部

水性樹脂溶液 (B2)

62.5部

サイメル303*

12.2部

イオン交換水

3.6部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0102】実施例6

| | |
|-----------------------------|------|
| 顔料 (C. I. Pigment Green 36) | 9.7部 |
| 有機色素化合物a* | 0.3部 |
| 水性樹脂溶液 (B3) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 0.2部 |

*有機色素化合物a



CuPc:銅フタロシアニン残基

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

| | |
|--------------|-------|
| 固形チップ | 13.3部 |
| ジメチルアミノエタノール | 0.2部 |
| ブチルカルビトール | 2.0部 |
| イオン交換水 | 30.0部 |

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0105】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

| | |
|-------------|-------|
| 再分散物 | 45.5部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 3.3部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0107】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

| | |
|-----------------------------|-------|
| 顔料 (C. I. Pigment Green 36) | 10.0部 |
| 水性樹脂溶液 (B3) | 6.0部 |
| イオン交換水 | 29.5部 |

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

| | |
|-------------|-------|
| 分散物 | 45.5部 |
| 水性樹脂溶液 (B2) | 64.0部 |
| サイメル303* | 12.2部 |
| イオン交換水 | 3.3部 |

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分93%の固形チップを得た。

【0103】

で60分間分散した。

【0104】

た。

【0106】

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0108】比較例7

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0109】

【0110】

【0111】

【表1】

| 例 | 顔料 | 2ロール 処理 | 2ロール 処理時の 樹脂T _g (℃) | 化合物 記号 | 分散粒度 D ₅₀ (μm) | 光沢 20° グロス (%) |
|------|---|------------|---|-----------|---------------------------------|-------------------------|
| 比較例1 | C. I. Pigment Blue 15:1 (フタロシアニン顔料) | なし | — | — | 0.51 | 48.0 |
| 比較例2 | | あり | -18 | — | 0.45 | 52.7 |
| 比較例3 | | あり | 41 | — | 0.44 | 55.1 |
| 実施例1 | | あり | 40 | — | 0.36 | 67.5 |
| 実施例2 | | あり | 40 | a | 0.33 | 73.2 |
| 比較例4 | C. I. Pigment Violet 19 (キナクリドン顔料) | なし | — | — | 0.65 | 28.9 |
| 実施例3 | | あり | 40 | b | 0.38 | 69.2 |
| 比較例5 | C. I. Pigment Red 254 (ジケトピロロピロール顔料) | なし | — | — | 0.63 | 32.3 |
| 実施例4 | | あり | 40 | b | 0.38 | 72.8 |
| 比較例6 | C. I. Pigment Red 177 (アントラキノン顔料) | なし | — | — | 0.25 | 70.5 |
| 実施例5 | | あり | 29 | c | 0.16 | 100.8 |
| 比較例7 | C. I. Pigment Green 36 (フタロシアニン顔料) | なし | — | — | 0.50 | 40.8 |
| 実施例6 | | あり | 16 | a | 0.22 | 79.5 |

分散粒度：日機装製マイクロトラックUPA-9340で測定

光沢：20° 変角光沢値

【0112】

【発明の効果】本発明により、インキおよび塗料など水性被覆性組成物に用いられる水系顔料分散体において、

非集合性、流動性などの使用適性および、塗布物の色調の鮮明性、光沢などを著しく向上させることができた。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

C09D 5/00
11/00
133/00

識別記号

F I

C09D 133/00
C08J 3/03

テマコード* (参考)

C E Y

(72)発明者 板橋 正志

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

F ターム(参考) 4F070 AA18 AA29 AA32 AE04 CA03
CB02 CB12 FA04 FB06 FC07
4J002 BG011 BG071 BH021 FD096
GH01
4J037 AA02 AA11 AA12 AA13 AA15
AA16 AA17 AA22 AA30 CB28
CC01 CC13 CC15 CC16 CC17
CC23 CC24 CC26 DD23 EE08
EE28 EE43 FF15
4J038 EA011 GA03 KA08 KA15
MA08 MA10
4J039 AD03 AD06 AD08 AD09 AD10
AD11 AD13 AD14 AD20 BA04
BA13 BA23 BA31 BA34 BA35
BA36 BA37 BC17 BC19 BC33
BC35 BC36 BC39 BC50 BC52
BC54 BC60 BC65 BE01 BE12
CA06 DA02 DA05 DA08 EA33
EA44 EA45